

norme française

NF ISO 5725-1**Décembre 1994**Indice de classement : **X 06-041-1**

Application de la statistique

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure

Partie 1 : Principes généraux et définitions

E : Application of statistics — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1 : General principles and definitions

D : Anwendung der Statistik — Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) der Messverfahren und Ergebnisse — Teil 1 : Grundsätze und Begriffe

Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'AFNOR le 20 novembre 1994 pour prendre effet le 20 décembre 1994.

Remplace en partie la norme homologuée NF ISO 5725, de décembre 1987.

correspondance

Le présent document reproduit intégralement la norme internationale ISO 5725-1:1994 et son rectificatif technique 1:1998.

analyse

Le présent document établit les principes de base pour l'agencement, l'organisation et l'analyse des essais prévus pour la détermination de l'exactitude des résultats et méthodes de mesure. Elle présente des définitions pratiques de la fidélité et de la justesse qui se prêtent à une détermination numérique par expérience.

descripteurs

Thésaurus International Technique : statistique, analyse statistique, mesurage, résultats d'essai, essai de laboratoire, caractéristique de mesurage, estimation, exactitude, fidélité, principe, définition.

modifications

Par rapport à la précédente édition, la révision restructure en six parties le texte de la norme. De nouveaux concepts sont abordés :

- la partie 3 fournit des mesures intermédiaires de la fidélité,
- la partie 4 introduit la notion de justesse (exprimée en terme de biais),
- la partie 5 présente des méthodes alternatives aux méthodes de base pour la détermination de la justesse et de la fidélité.

corrections

Par rapport au 1^{er} tirage, ajout du rectificatif 1 qui modifie le tableau 2 de la page 10.

Édité et diffusé par l'Association Française de Normalisation (AFNOR), Tour Europe 92049 Paris La Défense Cedex
Tél. : 01 42 91 55 55 — Tél. international : + 33 1 42 91 55 55



Membres de la commission de normalisation

Président : M BRUNSCHWIG

Secrétariat : MME DEL CERRO — AFNOR

M	BALLAUD	QUALITE SYSTEME
M	BARBIER	AEROSPATIALE
MME	BEGUERE	SLP STATISTIQUES
M	BRUNSCHWIG	
M	CAILLOUX	ECOLE SUPERIEURE DE METROLOGIE
M	CAZALBOU	FRANCE TELECOM
M	CHEROUTE	PREVOYANCE SYSTEMES
M	DAUDIN	INAPG
M	ETIENNE	DAEI/METT
M	FEINBERG	CNEVA/CIQUAL
M	JAMBU	FRANCE TELECOM
M	KOLUB	SGS QUALITEST
M	LEGEAY	LCPC
M	LETERME	SCHNEIDER ELECTRIQUE
MME	LOUDIN-DARRIBERE	
M	PALSKY	RHONE POULENC CHIMIE
M	PERRUCHET	UTAC
M	PIRONNET	EDF/DE/SQR/U
M	RANSON	LNE
M	SADO	TOTAL RAFFINAGE DISTRIB.
M	SAPORTA	CNAM
M	SNELLBACH	PMS LOGICIEL
M	SUARD	ALLIEDSIGNAL SYSTEMS DE FREINAGE S.A.
M	TUFFERY	CNEVA
M	WENISCH	SQIFE
M	ZANKEVITCH	DRIRE

Avant-propos national

Références aux normes françaises

La correspondance entre les normes mentionnées à l'article «Références normatives» et les normes françaises identiques est la suivante :

ISO 3534-1:1993	: NF ISO 3534-1 (indice de classement : X 06-002-1)
ISO 5725-2:1994	: NF ISO 5725-2 (indice de classement : X 06-041-2)
ISO 5725-3:1994	: NF ISO 5725-3 (indice de classement : X 06-041-3)
ISO 5725-4:1994	: NF ISO 5725-4 (indice de classement : X 06-041-4)
ISO 5725-5 ¹⁾	: NF ISO 5725-5 (indice de classement : X 06-041-5) ¹⁾
ISO 5725-6:1994	: NF ISO 5725-6 (indice de classement : X 06-041-6)

1) À publier.

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	2
4 Conséquences pratiques des définitions pour les expériences d'exactitude	4
4.1 Méthode de mesure normalisée	4
4.2 Expérience d'exactitude	5
4.3 Individus d'essai identiques	5
4.4 Courts intervalles de temps	5
4.5 Laboratoires participants	5
4.6 Conditions d'observation	6
5 Modèle statistique	6
5.1 Modèle de base	6
5.2 Relation entre le modèle de base et la fidélité	7
5.3 Modèles alternatifs	7
6 Considérations sur la planification de l'expérience lors de l'estimation de l'exactitude	8
6.1 Organisation d'une expérience d'exactitude	8
6.2 Méthode de mesure normalisée	8
6.3 Sélection des laboratoires pour l'expérience d'exactitude	8
6.4 Sélection des matériaux à utiliser pour une expérience d'exactitude	11
7 Utilisation des données d'exactitude	12
7.1 Publication des valeurs de justesse et de fidélité	12
7.2 Applications pratiques des valeurs de justesse et de fidélité	13

Annexes

A Symboles et abréviations utilisés dans l'ISO 5725	14
B Graphiques pour les incertitudes dans les mesures de fidélité	16
C Bibliographie	18

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5725-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

L'ISO 5725 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*:

- *Partie 1: Principes généraux et définitions*
- *Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

L'ISO 5725, parties 1 à 6, annule et remplace l'ISO 5725:1986, qui a été étendue pour traiter de la justesse (en supplément de la fidélité) et des conditions intermédiaires de fidélité (en supplément des conditions de répétabilité et des conditions de reproductibilité).

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 5725. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

0.1 L'ISO 5725 utilise deux termes «justesse» et «fidélité» pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» se réfère à l'étroitesse de l'accord entre la moyenne arithmétique d'un grand nombre de résultats d'essai et la valeur de référence vraie ou acceptée. La «fidélité» se réfère à l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'essai.

0.2 La nécessité de considérer la «fidélité» se pose car les essais exécutés sur des matériaux présumés identiques dans des circonstances présumées identiques ne donnent pas, en général, des résultats identiques. Ceci est attribué à des erreurs aléatoires inévitables, inhérentes à toute procédure de mesure; les facteurs qui influencent le résultat d'une mesure ne peuvent pas tous être complètement contrôlés. Dans l'interprétation pratique des données de mesure, cette variabilité doit être prise en compte. Par exemple, la différence entre un résultat d'essai et une valeur spécifiée peut se trouver à l'intérieur d'erreurs aléatoires inévitables, auquel cas on n'a pas établi de déviation réelle par rapport à cette valeur spécifiée. De même, la comparaison des résultats d'essai de deux lots de matière n'indiquera pas une différence de qualité fondamentale si la différence entre eux peut être attribuée à une variation inhérente à la procédure de mesure.

0.3 De nombreux facteurs différents (mises à part des variations entre des spécimens présumés identiques) peuvent contribuer à la variabilité des résultats d'une méthode de mesure, parmi lesquels:

- a) l'opérateur;
- b) l'équipement utilisé;
- c) l'étalonnage de l'équipement;
- d) l'environnement (température, humidité, pollution de l'air, etc.);
- e) le temps écoulé entre les mesures.

La variabilité entre des mesures exécutées par différents opérateurs et/ou avec différents équipements sera généralement plus grande que la variabilité entre des mesures exécutées dans un court intervalle de temps par un seul opérateur utilisant le même équipement.

0.4 Le terme général pour la variabilité entre des mesures répétées est fidélité. Deux conditions de fidélité, appelées répétabilité et reproductibilité ont été jugées nécessaires et, dans de nombreux cas pratiques, utiles pour la description de la variabilité d'une méthode de mesure.

Sous des conditions de répétabilité, les facteurs a) à e) cités ci-dessus sont considérés comme constants et ne contribuent pas à la variabilité, tandis que sous des conditions de reproductibilité, ils varient et contribuent à la variabilité des résultats d'essai. La répétabilité et la reproductibilité sont donc les deux extrêmes de la fidélité, la première donnant le minimum et la seconde le maximum de la variabilité dans les résultats. Des conditions intermédiaires se situant entre ces deux conditions extrêmes de la fidélité sont également concevables, lorsqu'un ou plusieurs des facteurs a) à e) peuvent varier, et sont utilisées dans certaines circonstances spécifiées. La fidélité est normalement exprimée en termes d'écart-types.

0.5 La «justesse» d'une méthode de mesure présente de l'intérêt lorsqu'il est possible de concevoir une valeur vraie pour la propriété mesurée. Bien que pour certaines méthodes de mesure, la valeur vraie ne soit pas connue exactement, il est possible d'avoir une valeur de référence acceptée pour la propriété mesurée: par exemple, si des matériaux de référence appropriés sont disponibles, ou si la valeur de référence acceptée peut être établie par rapport à une autre méthode de mesure ou par la préparation d'un échantillon connu. La justesse d'une méthode de mesure peut être alors recherchée en comparant la valeur de référence acceptée avec le niveau des résultats donnés par la méthode de mesure. La justesse est normalement exprimée en terme de biais. On peut rencontrer un biais, par exemple en analyse chimique, si la méthode de mesure ne peut tout extraire d'un élément, ou si la présence d'un élément interfère avec la détermination d'un autre.

0.6 Le terme général exactitude est utilisé dans l'ISO 5725 en référence à la fois à la justesse et à la fidélité.

Le terme exactitude fut, à une période, utilisé pour couvrir uniquement la composante maintenant appelée justesse, mais, pour de nombreuses personnes, il devint clair que ce terme devrait comprendre le déplacement total d'un résultat par rapport à la valeur de référence, dû aux effets tant aléatoires que systématiques.

Le terme biais a été très longtemps utilisé pour les problèmes statistiques, mais cela ayant causé certaines objections philosophiques parmi des membres de certaines professions (tels que praticiens en médecine et législation), l'aspect positif a été accentué par l'invention du terme justesse.

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure —

Partie 1:

Principes généraux et définitions

1 Domaine d'application

1.1 Le but de l'ISO 5725 est:

- a) de donner les grandes lignes des principes généraux à comprendre lors de l'estimation de l'exactitude (justesse et fidélité) des méthodes et des résultats de mesure, et dans des applications, et d'établir des estimations pratiques des différentes mesures par l'expérience (ISO 5725-1);
- b) de fournir une méthode de base pour l'estimation des deux mesures extrêmes de la fidélité des méthodes de mesure par l'expérience (ISO 5725-2);
- c) de fournir une procédure pour l'obtention des mesures intermédiaires de fidélité donnant les circonstances dans lesquelles elles s'appliquent, et des méthodes pour les estimer (ISO 5725-3);
- d) de fournir des méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure (ISO 5725-4);
- e) de fournir des alternatives aux méthodes de base données dans l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-4, pour la détermination de la justesse et de la fidélité des méthodes de mesure pour utilisation dans certaines circonstances (ISO 5725-5);

- f) de présenter des applications pratiques de ces mesures de la justesse et de la fidélité (ISO 5725-6).

1.2 La présente partie de l'ISO 5725 porte exclusivement sur des méthodes de mesure produisant des mesures sur une échelle continue et donnant une seule valeur comme résultat d'essai, bien que cette valeur unique puisse être le résultat d'un calcul sur un ensemble d'observations.

Elle définit des valeurs qui décrivent, en termes quantitatifs, l'aptitude d'une méthode de mesure à donner un résultat correct (justesse) ou à répéter un résultat donné (fidélité). Cela implique donc que la même chose est mesurée exactement de la même façon et que le processus de mesure est maîtrisé.

La présente partie de l'ISO 5725 peut être appliquée à une très grande variété de matériaux, y compris des liquides, des poudres et des objets solides, fabriqués ou naturels, pourvu qu'on ait pris les précautions nécessaires vis-à-vis de toute hétérogénéité du matériau.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 5725. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 5725 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions

les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3534-1:1993, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux*.

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*.

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*.

ISO 5725-4:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*.

3 Définitions

Pour les besoins de l'ISO 5725, les définitions suivantes s'appliquent.

Certaines définitions sont tirées de l'ISO 3534-1.

Les symboles utilisés dans l'ISO 5725 sont donnés en annexe A.

3.1 valeur observée: Valeur d'un caractère obtenue comme résultat d'une observation unique.

[ISO 3534-1]

3.2 résultat d'essai: Valeur d'un caractère obtenue par l'application d'une méthode d'essai spécifiée.

NOTE 1 Il convient que la méthode d'essai spécifie qu'un nombre donné d'observations individuelles soient faites, et que leur moyenne, ou une autre fonction appropriée (telle que la médiane ou l'écart-type), soit reportée comme résultat d'essai. Elle peut aussi spécifier que des corrections normalisées soient appliquées, telles que la correction de volumes de gaz à une température et une pression normalisées. Un résultat d'essai peut donc être calculé à partir de plusieurs valeurs observées. Dans le cas simple le résultat d'essai est la valeur observée elle-même.

[ISO 3534-1]

2

3.3 niveau de l'essai dans une expérience de fidélité: La moyenne générale des résultats d'essai de tous les laboratoires pour un matériau ou spécimen particulier essayé.

3.4 classe [cellule] dans une expérience de fidélité: Les résultats d'essai à un niveau unique, obtenus par un laboratoire.

3.5 valeur de référence acceptée: Valeur qui sert de référence, agréée pour une comparaison, et qui résulte:

- a) d'une valeur théorique ou établie, fondée sur des principes scientifiques;
- b) d'une valeur assignée ou certifiée, fondée sur les travaux expérimentaux d'une organisation nationale ou internationale;
- c) d'une valeur de consensus ou certifiée, fondée sur un travail expérimental en collaboration et placé sous les auspices d'un groupe scientifique ou technique;
- d) dans les cas où a), b) et c) ne sont pas applicables, de l'espérance de la quantité (mesurable), c'est-à-dire la moyenne d'une population spécifiée de mesures.

[ISO 3534-1]

3.6 exactitude: Étroitesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée.

NOTE 2 Le terme «exactitude», appliqué à un ensemble de résultats d'essai, implique une combinaison de composantes aléatoires et d'une erreur systématique commune ou d'une composante de biais.

[ISO 3534-1]

3.7 justesse: Étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée.

NOTES

3 La mesure de la justesse est généralement exprimée en termes de biais.

4 La justesse a été également appelée «exactitude de la moyenne». Cet usage n'est pas recommandé.

[ISO 3534-1]

3.8 biais: Différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essai et une valeur de référence acceptée.

NOTE 5 Le biais est l'erreur systématique totale par opposition à l'erreur aléatoire. Il peut y avoir une ou plusieurs composantes d'erreur systématique qui contribuent au biais. Une différence systématique plus importante par rapport à la valeur de référence acceptée est reflétée par une plus grande valeur du biais.

[ISO 3534-1]

3.9 biais du laboratoire: Différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essai d'un laboratoire particulier et une valeur de référence acceptée.

3.10 biais de la méthode de mesure: Différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essai obtenus à partir de tous les laboratoires utilisant cette méthode et une valeur de référence acceptée.

NOTE 6 Un exemple de ceci serait le suivant: une méthode devant mesurer la teneur en soufre d'un composé ne réussit pas normalement à extraire tout le soufre, conduisant à un biais négatif de la méthode de mesure. Le biais de la méthode de mesure est mesuré par le déplacement de la moyenne des résultats d'un grand nombre de laboratoires différents utilisant tous la même méthode. Le biais de la méthode de mesure peut être différent pour différents niveaux.

3.11 composante laboratoire du biais: Différence entre le biais du laboratoire et le biais de la méthode de mesure.

NOTES

7 La composante laboratoire du biais est spécifique à un laboratoire donné et aux conditions de mesure dans ce laboratoire, et peut également être différente à différents niveaux de l'essai.

8 La composante laboratoire du biais est relative au résultat de la moyenne générale et non à la valeur vraie ou de référence.

3.12 fidélité: Étroitesse d'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus sous des conditions stipulées.

NOTES

9 La fidélité dépend uniquement de la distribution des erreurs aléatoires et n'a aucune relation avec la valeur vraie ou spécifiée.

10 La mesure de fidélité est exprimée en termes d'infidélité et est calculée à partir de l'écart-type des résultats d'essais. Une fidélité moindre est reflétée par un plus grand écart-type.

11 Le terme «résultats d'essai indépendants» signifie des résultats obtenus d'une façon non influencée par un résultat précédent sur le même matériau d'essai ou similaire. Les mesures quantitatives de la fidélité dépendent de façon critique des conditions stipulées. Les conditions de répétabilité et de reproductibilité sont des ensembles particuliers de conditions extrêmes.

[ISO 3534-1]

3.13 répétabilité: Fidélité sous des conditions de répétabilité.

[ISO 3534-1]

3.14 conditions de répétabilité: Conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps.

[ISO 3534-1]

3.15 écart-type de répétabilité: Écart-type des résultats d'essai obtenus sous des conditions de répétabilité.

NOTES

12 C'est une mesure de la dispersion de la loi de distribution des résultats d'essai sous des conditions de répétabilité.

13 On peut définir de façon similaire la «variance de répétabilité» et le «coefficient de variation de la répétabilité» et les utiliser comme mesures de la dispersion des résultats d'essai sous des conditions de répétabilité.

[ISO 3534-1]

3.16 limite de répétabilité: Valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai, obtenus sous des conditions de répétabilité.

NOTE 14 Le symbole utilisé est r .

[ISO 3534-1]

3.17 reproductibilité: Fidélité sous des conditions de reproductibilité.

[ISO 3534-1]

3.18 conditions de reproductibilité: Conditions où les résultats d'essai sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essais identiques dans différents laboratoires, avec différents opérateurs et utilisant des équipements différents.

[ISO 3534-1]

3.19 écart-type de reproductibilité: Écart-type des résultats d'essai obtenus sous des conditions de reproductibilité.

NOTES

15 C'est une mesure de dispersion de la loi de distribution des résultats d'essai sous des conditions de reproductibilité.

16 On peut définir de façon similaire la «variance de reproductibilité» et le «coefficient de variation de reproductibilité» et les utiliser comme mesure de la dispersion des résultats d'essai sous des conditions de reproductibilité.

[ISO 3534-1]

3.20 limite de reproductibilité: Valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai obtenus sous des conditions de reproductibilité.

NOTE 17 Le symbole utilisé est R .

[ISO 3534-1]

3.21 valeur aberrante: Élément d'un ensemble de valeurs qui est incohérent avec les autres éléments de cet ensemble.

NOTE 18 L'ISO 5725-2 spécifie les tests statistiques et le niveau de signification à utiliser pour identifier les valeurs aberrantes dans les expériences de justesse et de fidélité.

3.22 expérience d'évaluation collective: Expérience interlaboratoires dans laquelle la performance de chaque laboratoire est évaluée en utilisant la même méthode de mesure normalisée sur matériau identique.

NOTES

19 Les définitions en 3.16 et 3.20 s'appliquent à des résultats variables sur une échelle continue. Si le résultat d'essai est discret ou arrondi, la limite de répétabilité et la

limite de reproductibilité, comme définies ci-dessus, sont chacune la valeur minimale égale à, ou au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité d'au moins 95 %, la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels.

20 Les définitions en 3.8 à 3.11, 3.15, 3.16, 3.19 et 3.20 se réfèrent à des valeurs théoriques qui, en réalité, restent inconnues. Les valeurs des écarts-types de reproductibilité et répétabilité, et des biais, déterminés réellement par l'expérience (comme décrit dans l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-4), sont, en termes statistiques, des estimations de ces valeurs et, en tant que telles, sujettes à des erreurs. En conséquence, par exemple, les niveaux de probabilité associés aux limites r et R ne sont pas exactement 95 %. Ils seront approximativement 95 % lorsque de nombreux laboratoires auront pris part à l'expérience de fidélité mais pourront être considérablement différents de 95 % lorsque moins de 30 laboratoires auront participé. Cela est inévitable mais ne doit pas sérieusement porter atteinte à leur valeur pratique, puisqu'ils sont principalement désignés pour être utilisés comme outils pour décider, si oui ou non, la différence entre des résultats peut être attribuée à des incertitudes aléatoires inhérentes à la méthode de mesure. Des différences plus grandes que la limite de répétabilité r ou la limite de reproductibilité R sont suspectes.

21 Les symboles r et R sont déjà utilisés pour d'autres buts; dans l'ISO 3534-1, r représente le coefficient de corrélation et R (ou W) l'étendue d'une série unique d'observations. Cependant, il ne devrait pas y avoir de confusion si les expressions complètes limite de répétabilité r et limite de reproductibilité R sont utilisées chaque fois qu'il y a possibilité de malentendu, particulièrement lorsqu'elles sont citées dans des normes.

4 Conséquences pratiques des définitions pour les expériences d'exactitude

4.1 Méthode de mesure normalisée

4.1.1 Afin que les mesures soient faites de la même façon, il est nécessaire que la méthode de mesure ait été normalisée. Toutes les mesures devront alors avoir été effectuées selon la norme correspondante. Cela signifie qu'il doit exister un document écrit décrivant en détail comment la mesure doit être effectuée, comportant de préférence une description de la façon dont il convient d'obtenir et de préparer le spécimen de mesure.

4.1.2 L'existence d'une méthode de mesure documentée implique l'existence d'une organisation responsable de l'établissement de la méthode de mesure étudiée.

NOTE 22 La méthode de mesure normalisée est discutée de façon plus complète en 6.2.

4.2 Expérience d'exactitude

4.2.1 Il convient de déterminer les mesures de l'exactitude (justesse et fidélité) à partir d'une série de résultats d'essai, reportés par les laboratoires participants organisés sous la direction d'une commission d'experts établie spécifiquement dans ce but.

Cette expérience interlaboratoires est appelée «expérience d'exactitude». L'expérience d'exactitude peut également être appelée «expérience de fidélité ou de justesse» selon son but limité. Si le but est de déterminer la justesse, alors une expérience de fidélité doit, soit avoir été faite précédemment, soit être menée simultanément.

Il est recommandé que les estimations de l'exactitude, obtenues à partir d'une telle expérience, soient toujours données comme valables uniquement pour des essais exécutés selon la méthode de mesure normalisée.

4.2.2 Une expérience d'exactitude peut souvent être considérée comme un essai pratique de l'adéquation de la méthode de mesure normalisée. Un des buts principaux de la normalisation est d'éliminer, autant que possible, les différences entre utilisateurs (laboratoires), et les données obtenues par une expérience d'exactitude révéleront l'efficacité avec laquelle ce but aura été atteint. Des différences prononcées dans les variances intralaboratoires (voir article 7) ou entre les moyens dont disposent les laboratoires peuvent indiquer que la méthode de mesure normalisée n'est pas encore suffisamment détaillée et peut être probablement améliorée. S'il en est ainsi, il convient de faire un rapport à l'organisme de normalisation avec une demande d'approfondissement de l'étude.

4.3 Individus d'essai identiques

4.3.1 Dans une expérience d'exactitude, des échantillons d'un matériau spécifique ou d'un produit spécifique sont envoyés à partir d'un point central à un certain nombre de laboratoires dans différents lieux, différents pays ou même différents continents. La définition des conditions de répétabilité (3.14) stipulant que les mesures dans ces laboratoires doivent être effectuées sur des individus d'essai identiques, fait référence au moment où ces essais sont réellement effectués. Pour y parvenir deux conditions différentes doivent être satisfaites, à savoir:

- a) les échantillons doivent être identiques lors de l'expédition aux laboratoires, et
- b) ils doivent rester identiques durant le transport et pendant les différents intervalles de temps pou-

vant s'écouler avant que les mesures ne soient réellement effectuées.

Dans l'organisation des expériences d'exactitude, ces deux conditions doivent être soigneusement respectées.

NOTE 23 La sélection de matériau est discutée de façon plus complète en 6.4.

4.4 Courts intervalles de temps

4.4.1 Selon la définition des conditions de répétabilité (3.14), les mesures pour la détermination de la répétabilité doivent être effectuées sous des conditions opératoires constantes, c'est-à-dire, pendant la période de temps couverte par les mesures, il est recommandé que des facteurs tels que ceux cités en 0.3, soient constants. En particulier, il convient de ne pas réétalonner l'équipement entre les mesures, à moins que ce ne soit une partie essentielle de chaque mesure individuelle. En pratique, il convient de conduire des essais sous des conditions de répétabilité dans un temps aussi court que possible, afin de minimiser les variations de ces facteurs, tels que l'environnement que l'on ne peut pas toujours garantir constant.

4.4.2 Il existe également une deuxième considération qui peut affecter l'intervalle s'écoulant entre les mesures, et il s'agit du fait que les résultats d'essai sont supposés être indépendants. S'il faut craindre que des résultats d'essai précédents puissent influencer des résultats d'essai suivants (et ainsi réduire l'estimation de la variance de répétabilité), il peut être nécessaire de fournir des spécimens séparés, codés de telle façon qu'un opérateur ne saura pas lesquels sont présumés identiques. Il convient de donner des instructions quant à l'ordre dans lequel les spécimens doivent être mesurés, et cet ordre sera présumé aléatoire de façon que tous les individus «identiques» ne soient pas mesurés ensemble. Cela peut signifier que l'intervalle de temps entre des mesures répétées peut aller à l'encontre de l'objectif d'un court intervalle de temps, à moins que les mesures ne soient de telle nature que toute la série des mesures puisse être terminée dans un court intervalle de temps. Le bon sens doit prévaloir.

4.5 Laboratoires participants

4.5.1 Une hypothèse de base sous-jacente à la présente partie de l'ISO 5725 est que, pour une méthode de mesure normalisée, la répétabilité sera, au moins approximativement, la même pour tous les laboratoires appliquant la procédure normalisée, de sorte qu'il sera possible d'établir un écart-type de répétabilité

moyen commun qui sera applicable à tout laboratoire. Cependant, tout laboratoire peut, en effectuant une série de mesures sous des conditions de répétabilité, obtenir une estimation de son propre écart-type de répétabilité pour la méthode de mesure et la contrôler par rapport à la valeur commune. Une telle procédure est traitée dans l'ISO 5725-6.

4.5.2 Les grandeurs définies en 3.8 à 3.20 s'appliquent, en théorie, à tous les laboratoires qui sont susceptibles de mettre en œuvre la méthode de mesure. En pratique, elles sont déterminées à partir d'un échantillon prélevé dans cette population de laboratoires. Des détails supplémentaires sur la sélection de cet échantillon sont donnés en 6.3. Sous condition que les instructions données ici, en ce qui concerne le nombre de laboratoires à prendre en compte et le nombre de mesures effectuées, soient suivies, les estimations de justesse et fidélité obtenues devraient alors suffire dans ce cas. Si cependant, ultérieurement, il devenait évident que les laboratoires participants ne sont pas, ou ne sont plus réellement représentatifs de tous ceux utilisant la méthode de mesure normalisée, alors la mesure devrait être répétée.

4.6 Conditions d'observation

4.6.1 Les facteurs qui contribuent à la variabilité des valeurs observées obtenues au sein d'un laboratoire sont listés en 0.3. Ils peuvent être donnés en tant que temps, opérateur et équipement, lorsque des observations à différents moments incluent les effets dus aux modifications des conditions d'environnement et au réétalonnage de l'équipement entre les observations. Sous des conditions de répétabilité, les observations sont effectuées avec les trois facteurs constants, et sous des conditions de reproductibilité, les observations sont effectuées par des laboratoires différents, c'est-à-dire, non seulement avec les trois facteurs variant, mais aussi avec des effets supplémentaires dus à la différence entre les laboratoires dans la gestion et la maintenance du laboratoire, la stabilité du contrôle de l'observation, etc.

4.6.2 À l'occasion, il peut être utile de considérer des conditions de fidélité intermédiaires dans lesquelles les observations sont effectuées dans le même laboratoire, mais avec un ou plusieurs des facteurs temps, opérateur ou équipement pouvant varier. Quand on établit la fidélité d'une méthode de mesure, il est très important de définir les conditions d'observation appropriées, à savoir, s'il convient que les trois facteurs ci-dessus soient constants ou non.

De plus, l'ampleur de la variabilité provenant d'un facteur dépendra de la méthode de mesure. Par

exemple, les facteurs «opérateur» et «temps» peuvent dominer en analyse chimique, de même que les facteurs «équipement» et «environnement» en micro-analyse et les facteurs «équipement» et «éta-lonnage» dans les essais physiques.

5 Modèle statistique

5.1 Modèle de base

Pour l'estimation de l'exactitude (justesse et fidélité) d'une méthode de mesure, il est utile de supposer que chaque résultat d'essai, y , est la somme de trois composantes:

$$y = m + B + e \quad \dots (1)$$

où, pour le matériau particulier soumis à essai,

m est la moyenne générale (espérance);

B est la composante laboratoire du biais sous des conditions de répétabilité;

e est l'erreur aléatoire survenant dans chaque mesure sous des conditions de répétabilité.

5.1.1 Moyenne générale, m

5.1.1.1 La moyenne générale m est le niveau de l'essai; les spécimens de puretés différentes d'un matériau chimique ou d'autres matériaux (par exemple différents types d'acier) correspondront à différents niveaux. Dans de nombreuses situations techniques, le niveau de l'essai est exclusivement défini par la méthode de mesure, et la notion d'une valeur vraie indépendante ne s'applique pas. Cependant, dans certaines situations, le concept de valeur vraie μ de la propriété de l'essai peut être conservé, telle que la concentration vraie d'une solution titrée. Le niveau m n'est pas nécessairement égal à la valeur vraie μ .

5.1.1.2 Lorsqu'on examine la différence entre des résultats d'essai obtenus par la même méthode de mesure, le biais de la méthode de mesure n'aura pas d'influence et pourra être ignoré. Cependant, lorsque l'on compare les résultats d'essai avec une valeur spécifiée dans un contrat ou une norme, où le contrat ou la spécification se réfère à la valeur vraie (μ) et non au «niveau de l'essai» (m), ou lorsque l'on compare les résultats obtenus en utilisant différentes méthodes de mesure, le biais de la méthode de mesure devra être pris en compte. Si la valeur vraie existe et qu'un matériau de référence satisfaisant est disponible, il est recommandé de déterminer le biais de la méthode de mesure comme décrit dans l'ISO 5725-4.

5.1.2 Terme B

5.1.2.1 Ce terme est considéré comme constant durant toute série d'essais effectués sous des conditions de répétabilité, mais peut être différent en valeur pour des essais mis en œuvre dans d'autres conditions. Quand les résultats d'essai sont toujours comparés entre les deux mêmes laboratoires, il est nécessaire pour eux de déterminer leur biais relatif, soit à partir de leurs valeurs individuelles de biais déterminées pendant une expérience d'exactitude, soit en mettant en œuvre entre eux-mêmes un essai particulier. Cependant, afin de tirer des conclusions générales relatives à des différences entre deux laboratoires non spécifiés, ou lors de comparaisons entre deux laboratoires qui n'ont pas déterminé leur propre biais, une distribution générale des composantes laboratoire du biais doit être considérée. Ceci était le raisonnement sous-jacent au concept de reproductibilité. Les procédures données dans l'ISO 5725-2 ont été développées en supposant que la distribution des composantes laboratoire du biais est approximativement normale, mais en pratique elles s'appliquent à la plupart des distributions pourvu qu'elles soient unimodales.

5.1.2.2 La variance de B est appelée la variance interlaboratoires et s'exprime sous la forme:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2 \quad \dots (2)$$

où σ_L^2 inclut les variabilités entre opérateurs et entre équipements.

Dans l'expérience de fidélité de base décrite dans l'ISO 5725-2, ces composantes ne sont pas séparées. Des méthodes sont données dans l'ISO 5725-3 pour mesurer la grandeur de certaines des composantes aléatoires de B .

5.1.2.3 En général, B peut être considéré comme la somme de deux composantes, aléatoire et systématique. Il ne sera pas essayé ici de donner une liste exhaustive des facteurs qui contribuent à B , mais ceux-ci incluent différentes conditions climatiques, des variations de l'équipement à l'intérieur des tolérances du fabricant, et même les différences dans les techniques auxquelles les opérateurs sont formés en des lieux différents.

5.1.3 Terme erreur e

5.1.3.1 Ce terme représente une erreur aléatoire survenant pour chaque résultat d'essai et les procédures données au long de la présente partie de l'ISO 5725 ont été développées en supposant que la distribution de cette variable erreur était approximativement normale, mais en pratique elles s'appli-

quent à la plupart des distributions pourvu qu'elles soient unimodales.

5.1.3.2 À l'intérieur d'un laboratoire individuel, sa variance, sous des conditions de répétabilité est appelée variance intralaboratoire et exprimée sous la forme:

$$\text{var}(e) = \sigma_W^2 \quad \dots (3)$$

5.1.3.3 On pourrait s'attendre à ce que σ_W^2 ait différentes valeurs dans des laboratoires différents à cause de différences, telles que l'habileté des opérateurs, mais dans la présente partie de l'ISO 5725, il est supposé que pour une méthode de mesure convenablement normalisée, de telles différences entre laboratoires devraient être petites, et qu'il est justifié d'établir une valeur commune de variance intralaboratoire pour tous les laboratoires utilisant la méthode de mesure. Cette valeur commune, qui est estimée par la moyenne arithmétique de toutes les variances intralaboratoires est appelée la variance de répétabilité et est donnée sous la forme:

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{var}(e)} = \overline{\sigma_W^2} \quad \dots (4)$$

Cette moyenne arithmétique est prise à partir de tous les laboratoires prenant part à l'expérience d'exactitude, qui restent après l'exclusion des valeurs aberrantes.

5.2 Relation entre le modèle de base et la fidélité

5.2.1 Lorsque le modèle de base en 5.1 est adopté, la variance de répétabilité est mesurée directement comme étant la variance du terme erreur e , mais la variance de reproductibilité dépend de la somme de la variance de répétabilité et de la variance interlaboratoires mentionnée en 5.1.2.2.

5.2.2 Pour la mesure de la fidélité, deux grandeurs sont nécessaires, à savoir: l'écart-type de répétabilité

$$\sigma_r = \sqrt{\text{var}(e)} \quad \dots (5)$$

et l'écart-type de reproductibilité

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2} \quad \dots (6)$$

5.3 Modèles alternatifs

Des extensions au modèle de base sont utilisées, si nécessaire, et sont décrites dans les parties appropriées de l'ISO 5725.

6 Considérations sur la planification de l'expérience lors de l'estimation de l'exactitude

6.1 Organisation d'une expérience d'exactitude

6.1.1 Il est recommandé que l'organisation concrète d'une expérience destinée à estimer la fidélité et/ou la justesse d'une méthode de mesure normalisée soit confiée à une commission d'experts familiarisés avec la méthode de mesure et ses applications. Il convient qu'au moins un des membres ait de l'expérience dans la construction et l'analyse statistique des expériences.

6.1.2 Il est bon d'examiner les questions suivantes lors de l'organisation de l'expérience.

- a) Une norme satisfaisante existe-t-elle pour la méthode de mesure?
- b) Combien de laboratoires convient-il de recruter pour coopérer à l'expérience?
- c) Comment convient-il de recruter les laboratoires et à quelles conditions devraient-ils satisfaire?
- d) Quelle est l'étendue des niveaux rencontrés dans la pratique?
- e) Combien de niveaux convient-il d'utiliser dans l'expérience?
- f) Quels sont les matériaux susceptibles de représenter ces niveaux et comment convient-il de les préparer?
- g) Quel nombre de répliques convient-il de spécifier?
- h) Quelle durée convient-il de spécifier pour terminer toutes les mesures?
- i) Le modèle de base en 5.1 est-il approprié, ou convient-il d'en considérer un modifié?
- j) Des précautions spéciales sont-elles nécessaires pour assurer que des matériaux identiques sont mesurés dans le même état dans tous les laboratoires?

Ces questions sont étudiées en 6.2 à 6.4.

6.2 Méthode de mesure normalisée

Comme établi en 4.1, la méthode de mesure étudiée doit être une méthode qui a été normalisée. Une telle

méthode doit être robuste, c'est-à-dire que de petites variations dans la procédure ne produisent pas de façon imprévue de grandes modifications dans les résultats. Si cela risque d'arriver il faut prendre des précautions ou donner les avertissements appropriés. Il est également souhaitable que dans le processus d'élaboration d'une méthode de mesure normalisée, tous les efforts aient été faits pour supprimer ou réduire le biais.

Des méthodes expérimentales similaires peuvent être utilisées pour mesurer la justesse et la fidélité, à la fois pour des méthodes de mesure établies et pour des méthodes de mesure récemment normalisées. Dans ce dernier cas, il est bon de considérer les résultats obtenus comme des estimations préliminaires, car la justesse et la fidélité pourraient changer quand les laboratoires auront acquis de l'expérience.

Le document exposant la méthode de mesure doit être sans ambiguïté et complet. Il convient que toutes les opérations essentielles concernant l'environnement de la procédure, les réactifs et les appareils, le contrôle préliminaire de l'équipement et la préparation des spécimens d'essai fassent partie de la méthode de mesure, si possible par référence à d'autres procédures écrites, qui sont disponibles pour les opérateurs. Il convient de spécifier avec précision la façon de calculer ou d'exprimer le résultat d'essai, y compris le nombre de chiffres significatifs à donner.

6.3 Sélection des laboratoires pour l'expérience d'exactitude

6.3.1 Choix des laboratoires

D'un point de vue statistique, il convient que les laboratoires, participant à toute expérience pour estimer l'exactitude, soient choisis au hasard parmi tous les laboratoires utilisant la méthode de mesure. Des volontaires ne peuvent représenter un échantillon réaliste. Cependant, d'autres considérations pratiques, telles que la condition d'avoir les laboratoires participants dispersés sur différents continents ou régions climatiques, peuvent affecter le schéma de représentativité.

Il est recommandé que les laboratoires participants ne soient pas exclusivement ceux qui ont acquis une expérience spéciale durant le processus de normalisation de la méthode. De même qu'ils ne devraient pas être des laboratoires «de référence» spécialisés, afin de démontrer l'exactitude que la méthode peut atteindre dans des mains expertes.

Le nombre de laboratoires à recruter pour participer à une expérience collective interlaboratoires et le

nombre de résultats d'essai nécessaires pour chaque laboratoire à chaque niveau de l'essai sont interdépendants. Un guide, pour décider combien il convient d'en avoir, est donné en 6.3.2 à 6.3.4.

6.3.2 Nombre de laboratoires nécessaires pour l'estimation de la fidélité

6.3.2.1 Les différentes grandeurs représentées par le symbole σ dans les équations (2) à (6) de l'article 5 sont les écarts-types vrais dont les valeurs ne sont pas connues, l'objet d'une expérience de fidélité étant de les estimer. Lorsqu'une estimation (s) d'un écart-type vrai (σ) doit être faite, on peut en tirer des conclusions concernant l'intervalle autour de σ dans lequel on peut s'attendre à trouver l'estimation (s). Ceci est un problème statistique bien connu qui est résolu par l'utilisation d'une loi de chi carré et du nombre de résultats à partir desquels l'estimation (s) a été faite. Une formule fréquemment utilisée est:

$$P \left[-A < \frac{s - \sigma}{\sigma} < +A \right] = P \quad \dots (7)$$

Souvent A est donné sous forme de pourcentage, ceci permettant de déclarer que l'écart-type estimé (s) peut se trouver dans un intervalle de $\pm A$ autour de l'écart-type vrai (σ) avec une certaine probabilité P .

6.3.2.2 Pour un niveau unique de l'essai, l'incertitude dans l'écart-type de répétabilité dépendra du nombre de laboratoires (p) et du nombre de résultats d'essai au sein de chaque laboratoire (n). Pour l'écart-type de reproductibilité, la procédure est plus compliquée, puisque celui-ci est déterminé à partir de deux écarts-types [voir équation (6)]. Un facteur supplémentaire γ est nécessaire, représentant le rapport de l'écart-type de reproductibilité à l'écart-type de répétabilité, c'est-à-dire:

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r \quad \dots (8)$$

6.3.2.3 En supposant un niveau de probabilité P de 95 %, des équations approximatives pour les valeurs de A ont été préparées et sont données ci-dessous. Ces équations sont destinées à déterminer combien de laboratoires il faut recruter et à décider combien de résultats d'essai sont nécessaires pour chaque laboratoire, à chaque niveau de l'essai. Ces équations ne donnent pas de limites de confiance et il ne convient donc pas de les utiliser au stade de l'analyse pour calculer les limites de confiance. Les équations sont les suivantes.

Pour la répétabilité,

$$A = A_r = 1,96 \sqrt{\frac{1}{2p(n-1)}} \quad \dots (9)$$

Pour la reproductibilité,

$$A = A_R = 1,96 \sqrt{\frac{p[1 + n(\gamma^2 - 1)]^2 + (n-1)(p-1)}{2\gamma^4 n^2 (p-1)p}} \quad \dots (10)$$

NOTE 24 Une variance d'échantillon qui a ν degrés de liberté et une espérance σ^2 est supposée suivre, approximativement, une loi normale de variance $2\sigma^4/\nu$. Les équations (9) et (10) sont établies dans cette hypothèse faite sur les variances utilisées dans les estimations de σ_r et σ_R . L'adéquation de l'approximation a été contrôlée par un calcul exact.

6.3.2.4 La valeur de γ n'est pas connue, mais souvent on dispose d'estimations préliminaires des écarts-types intralaboratoire et interlaboratoires obtenus durant le processus de normalisation de la méthode de mesure. Des valeurs exactes des pourcentages d'incertitude pour les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité, avec différents nombres de laboratoires (p) et différents nombres de résultats par laboratoire (n), sont données dans le tableau 1 et sont également tracées sous forme de graphique en annexe B.

6.3.3 Nombre de laboratoires nécessaires pour l'estimation du biais

6.3.3.1 Le biais de la méthode de mesure, δ , peut être estimé par:

$$\hat{\delta} = \bar{y} - \mu \quad \dots (11)$$

où

\bar{y} est la moyenne générale de tous les résultats d'essai obtenus par tous les laboratoires à un niveau particulier de l'expérience;

μ est la valeur de référence acceptée.

L'incertitude de cette estimation peut être exprimée par l'équation:

$$P [\delta - A\sigma_R < \hat{\delta} < \delta + A\sigma_R] = 0,95 \quad \dots (12)$$

qui montre que l'estimation sera dans les limites $A\sigma_R$ de la valeur vraie du biais de la méthode de mesure avec une probabilité de 0,95.

Tableau 1 — Valeurs indiquant l'incertitude dans les estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité

Nombre de laboratoires <i>p</i>	<i>A_r</i>			<i>A_R</i>								
				<i>γ</i> = 1			<i>γ</i> = 2			<i>γ</i> = 5		
	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4
5	0,62	0,44	0,36	0,46	0,37	0,32	0,61	0,58	0,57	0,68	0,67	0,67
10	0,44	0,31	0,25	0,32	0,26	0,22	0,41	0,39	0,38	0,45	0,45	0,45
15	0,36	0,25	0,21	0,26	0,21	0,18	0,33	0,31	0,30	0,36	0,36	0,36
20	0,31	0,22	0,18	0,22	0,18	0,16	0,28	0,27	0,26	0,31	0,31	0,31
25	0,28	0,20	0,16	0,20	0,16	0,14	0,25	0,24	0,23	0,28	0,28	0,27
30	0,25	0,18	0,15	0,18	0,15	0,13	0,23	0,22	0,21	0,25	0,25	0,25
35	0,23	0,17	0,14	0,17	0,14	0,12	0,21	0,20	0,19	0,23	0,23	0,23
40	0,22	0,16	0,13	0,16	0,13	0,11	0,20	0,19	0,18	0,22	0,22	0,22

En termes du facteur γ [voir équation (8)]:

$$A = 1,96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 p n}} \quad \dots (13)$$

Des valeurs de A sont données dans le tableau 2.

Tableau 2 — Valeurs de A , l'incertitude dans une estimation du biais de la méthode de mesure

Nombre de laboratoires <i>p</i>	Valeur de A			
	<i>γ</i> = 0	<i>γ</i> = 1		
	tous <i>n</i>	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4
5	0,88	0,76	0,72	0,69
10	0,62	0,54	0,51	0,49
15	0,51	0,44	0,41	0,40
20	0,44	0,38	0,36	0,35
25	0,39	0,34	0,32	0,31
30	0,36	0,31	0,29	0,28
35	0,33	0,29	0,27	0,26
40	0,31	0,27	0,25	0,25

6.3.3.2 Le biais du laboratoire, Δ , au moment de l'expérience peut être estimé par

$$\hat{\Delta} = \bar{y} - \mu \quad \dots (14)$$

où

\bar{y} est la moyenne arithmétique de tous les résultats obtenus par le laboratoire à un niveau particulier de l'expérience;

μ est la valeur de référence acceptée.

L'incertitude de cette estimation peut être exprimée par l'équation

$$P [\Delta - A_W \sigma_r < \hat{\Delta} < \Delta + A_W \sigma_r] = 0,95 \quad \dots (15)$$

qui montre que l'estimation sera dans les limites $A_W \sigma_r$ de la valeur vraie du biais du laboratoire avec une probabilité de 0,95. Ici l'incertitude intralaboratoire est

$$A_W = \frac{1,96}{\sqrt{n}} \quad \dots (16)$$

Des valeurs de A_W sont données dans le tableau 3.

Tableau 3 — Valeurs de A_W , l'incertitude dans l'estimation du biais intralaboratoire

Nombre de résultats d'essai <i>n</i>	Valeur de A_W
5	0,88
10	0,62
15	0,51
20	0,44
25	0,39
30	0,36
35	0,33
40	0,31

6.3.4 Conséquences sur le choix des laboratoires

Le choix du nombre de laboratoires sera un compromis entre la disponibilité des ressources et le désir de réduire l'incertitude des estimations à un niveau satisfaisant. Sur les figures B.1 et B.2 de l'annexe B, on peut voir que les estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité pourraient s'écarter de façon substantielle de leur vraie valeur si seulement un petit nombre ($p \approx 5$) de laboratoires pren-

nent part à l'expérience de fidélité, et qu'augmenter de 2 ou 3 le nombre de laboratoires permet seulement de petites réductions des incertitudes dans les estimations lorsque p est supérieur à 20. Il est courant de choisir une valeur de p entre 8 et 15. Lorsque σ_L est plus grand que σ_r (c'est-à-dire γ est plus grand que 2), comme c'est souvent le cas, on peut gagner un peu en obtenant plus de $n = 2$ résultats d'essai par laboratoire et par niveau.

6.4 Sélection des matériaux à utiliser pour une expérience d'exactitude

6.4.1 Il convient que les matériaux à utiliser dans une expérience pour déterminer l'exactitude d'une méthode de mesure représentent au mieux ceux auxquels la méthode de mesure est supposée s'appliquer en utilisation normale. En règle générale, cinq matériaux différents fourniront normalement une gamme suffisamment large de niveaux pour permettre d'établir convenablement l'exactitude. Un nombre plus petit pourrait être approprié lors de la première étude d'une méthode de mesure récemment développée lorsque l'on pense que des modifications sur la méthode peuvent être nécessaires, suivies par des expériences d'exactitude supplémentaires.

6.4.2 Lorsque les mesures doivent être effectuées sur des objets discrets qui ne sont pas modifiés par la mesure, elles pourraient, au moins dans le principe, être effectuées en utilisant le même ensemble d'objets dans différents laboratoires. Ceci, cependant, nécessiterait la circulation du même ensemble d'objets auprès de nombreux laboratoires, souvent éloignés les uns des autres, dans différents pays ou continents, avec des risques considérables de pertes ou dommages pendant le transport. Si différents individus doivent être utilisés dans différents laboratoires, ils doivent alors être sélectionnés de telle façon qu'on soit sûr qu'ils puissent être supposés identiques à des fins pratiques.

6.4.3 Il est recommandé, dans la sélection des matériaux pour représenter les différents niveaux, de considérer s'il convient d'homogénéiser spécialement le matériau avant la préparation des échantillons pour distribution, ou d'inclure dans les valeurs d'exactitude l'effet d'hétérogénéité du matériau.

6.4.4 Lorsque les mesures ont été effectuées sur des matériaux solides, qui ne peuvent être homogénéisés (tels que métaux, caoutchouc ou textiles) et lorsque les mesures ne peuvent être répétées sur le même spécimen d'essai, la non-homogénéité du matériau d'essai sera une composante essentielle de la fidélité de la mesure et l'idée de matériau iden-

tique n'aura plus lieu d'être. Les expériences de fidélité peuvent encore être effectuées, mais les valeurs de la fidélité ne peuvent être valables que pour le matériau particulier utilisé, et il convient de les noter comme telles. Une utilisation plus universelle de la fidélité ainsi déterminée ne sera acceptable que si l'on peut démontrer que les valeurs ne diffèrent pas de façon significative entre les matériaux produits à différents moments ou par différents fournisseurs. Ceci nécessiterait une expérience plus élaborée que celle considérée dans l'ISO 5725.

6.4.5 En général, lorsqu'il s'agit d'essais destructifs, la contribution à la variabilité dans les résultats d'essai provenant des différences entre les spécimens sur lesquels les mesures sont effectuées, doit, soit être négligeable par rapport à la variabilité de la méthode de mesure elle-même, soit former une partie inhérente de la variabilité de la méthode de mesure, et donc être réellement une composante de fidélité.

6.4.6 Lorsque les matériaux utilisés pour les mesures sont susceptibles de changements dans le temps, il convient de choisir l'échelle temporelle globale de l'expérience de façon à pouvoir tenir compte de ces changements. Dans certains cas il peut s'avérer approprié de spécifier les moments auxquels seront effectuées les mesures des échantillons.

6.4.7 Dans tout ce qui précède, il est fait référence aux mesures dans différents laboratoires, ce qui implique le transport des spécimens d'essai dans les laboratoires, mais certains spécimens d'essai ne sont pas transportables, tels qu'une citerne de stockage de pétrole. Dans de tels cas, faire des mesures dans différents laboratoires signifie que différents opérateurs sont envoyés avec leur équipement sur le site de l'essai. Dans d'autres cas, la quantité mesurée peut être transitoire ou variable, telle que le débit d'eau dans une rivière; il faut alors prendre soin que les différentes mesures soient faites autant que possible dans les mêmes conditions. Le principe doit toujours être que l'objectif est de déterminer l'aptitude à répéter la même mesure.

6.4.8 L'établissement de valeurs de fidélité pour une méthode de mesure présuppose que la fidélité est, soit indépendante du matériau testé, ou dépend du matériau d'une façon prévisible. Avec certaines méthodes de mesure il n'est possible de donner la fidélité qu'en relation avec une ou plusieurs classes définissables du matériau d'essai. De telles données seront seulement un guide sommaire pour la fidélité dans d'autres applications. Plus souvent, on trouve que la fidélité est fortement liée au niveau de l'essai, et la détermination de la fidélité inclut alors l'établissement d'une relation entre la fidélité et le niveau. Il

est donc recommandé, lors de la publication des valeurs de fidélité pour une méthode de mesure normale, que le matériau utilisé dans l'expérience de fidélité soit clairement spécifié dans la gamme des matériaux auxquels les valeurs pourraient s'appliquer.

6.4.9 Pour l'estimation de la justesse, il est recommandé qu'au moins un des matériaux utilisés ait une valeur de référence acceptée. S'il est vraisemblable que la justesse varie avec le niveau, des matériaux, avec des valeurs de référence acceptées, seront nécessaires à plusieurs niveaux.

7 Utilisation des données d'exactitude

7.1 Publication des valeurs de justesse et de fidélité

7.1.1 Lorsque le but d'une expérience d'exactitude est d'obtenir des estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité sous les conditions définies en 3.14 et 3.18, alors le modèle de base de 5.1 doit être utilisé. L'ISO 5725-2 fournit alors une méthode appropriée pour l'estimation de ces écarts-types, ou une alternative peut être trouvée dans l'ISO 5725-5. Lorsque le but est d'obtenir des estimations des mesures intermédiaires de fidélité, alors le modèle alternatif et les méthodes données dans l'ISO 5725-3 doivent être utilisées.

7.1.2 Chaque fois que le biais d'une méthode de mesure a été déterminé, il convient de le publier, en précisant la référence à partir de laquelle le biais a été déterminé. Lorsque le biais varie avec le niveau de l'essai, il convient de publier un tableau donnant le niveau, le biais ainsi déterminé et la référence utilisée dans cette détermination.

7.1.3 Lorsqu'une expérience interlaboratoires a été effectuée pour estimer la justesse ou la fidélité, il est bon d'informer chaque laboratoire participant de sa composante laboratoire du biais relatif à la moyenne générale comme déterminée à partir de l'expérience. Cette information pourrait être importante si des expériences similaires sont effectuées plus tard, mais il convient de ne pas l'utiliser à des fins d'étalonnage.

7.1.4 Les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité pour toute méthode de mesure normalisée devront être déterminés comme donné dans les parties 2 à 4 de l'ISO 5725, et publiés en tant que partie de la méthode de mesure normalisée dans une section intitulée fidélité. Cette section peut également donner les limites de répétabilité et de reproductibilité (r et R). Lorsque la fidélité ne varie pas avec le niveau, un chiffre moyen peut être donné dans chaque cas.

Lorsque la fidélité varie avec le niveau de l'essai, il convient de la publier sous la forme d'un tableau, comme le tableau 4, et peut être également exprimée comme une relation mathématique. Il est recommandé que des mesures intermédiaires de fidélité soient présentées sous une forme similaire.

Tableau 4 — Exemple de méthode de publication des écarts-types

Étendue ou niveau	Écart-type de répétabilité s_r	Écart-type de reproductibilité s_R
de à		
de à		
de à		

7.1.5 Les définitions des conditions de répétabilité et de reproductibilité (3.14 et 3.18) devront être données dans l'article fidélité. Lorsque des mesures intermédiaires de fidélité sont données, il est recommandé de prendre soin d'annoncer quels facteurs (temps, opérateurs, équipement) ont pu varier. Quand les limites de répétabilité et de reproductibilité sont données, il convient d'ajouter une indication sur leurs liens avec la différence entre deux résultats d'essai et le niveau de probabilité à 95 %. Les formulations suivantes sont suggérées.

La différence entre deux résultats d'essai trouvés sur un matériau d'essai identique par un opérateur utilisant le même appareil dans le plus court intervalle de temps possible, n'excédera pas plus d'une fois sur 20 en moyenne la limite de répétabilité (r) lors de la mise en œuvre normale et correcte de la méthode.

Les résultats d'essai sur un matériau d'essai identique reportés par deux laboratoires ne différeront de la limite de reproductibilité (R), en moyenne, pas plus d'une fois sur 20, lors de la mise en œuvre normale et correcte de la méthode.

On s'assurera que la définition d'un résultat d'essai est claire, soit en notant les numéros d'article de la norme de la méthode de mesure qui doit être suivie pour obtenir le résultat d'essai, soit par un autre moyen.

7.1.6 En général, il convient d'ajouter une brève mention sur l'expérience d'exactitude à la fin de cet article fidélité. La formulation suivante est suggérée.

Les données d'exactitude ont été déterminées à partir d'une expérience organisée et analysée se-

lon l'ISO 5725- (partie) en (année) impliquant (p) laboratoires et (q) niveaux. Des données de () laboratoires contenaient des valeurs aberrantes. Les valeurs aberrantes n'ont pas été incluses dans les calculs de l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité.

Il convient d'ajouter une description des matériaux utilisés dans l'expérience d'exactitude, spécialement lorsque la justesse ou la fidélité dépend des matériaux.

7.2 Applications pratiques des valeurs de justesse et de fidélité

Les applications pratiques des valeurs de justesse et de fidélité sont couvertes en détail dans l'ISO 5725-6. Des exemples en sont les suivants.

7.2.1 Contrôle de l'acceptabilité des résultats d'essai

Une spécification de produit pourrait nécessiter des mesures répétées à obtenir sous des conditions de répétabilité. Un écart-type de répétabilité peut être utilisé dans ces circonstances pour contrôler l'acceptabilité des résultats d'essai et décider quelle action il convient d'entreprendre s'ils ne sont pas acceptables. Lorsqu'à la fois le client et le fournisseur mesurent le même matériau et que leurs résultats diffèrent, les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité peuvent être utilisés pour décider si la dif-

férence est d'une grandeur qu'on peut attendre avec la méthode de mesure.

7.2.2 Stabilité des résultats d'essai au sein d'un laboratoire

En effectuant des mesures régulières sur des matériaux de référence, un laboratoire peut contrôler la stabilité de ses résultats et mettre en évidence la démonstration de sa compétence, par rapport au biais et à la répétabilité de ses essais.

7.2.3 Estimation de la performance d'un laboratoire

Des systèmes d'accréditation de laboratoire deviennent de plus en plus courants. La connaissance de la justesse et de la fidélité d'une méthode de mesure permet d'estimer le biais et la répétabilité d'un laboratoire candidat en utilisant, soit des matériaux de référence, soit une expérience interlaboratoires.

7.2.4 Comparaison de méthodes de mesure alternatives

Deux méthodes de mesure peuvent être disponibles pour mesurer la même propriété, une étant plus simple et moins onéreuse que l'autre, mais moins généralement applicable. Les valeurs de justesse et de fidélité peuvent être utilisées pour justifier de l'utilisation de la méthode moins onéreuse pour certaines gammes restreintes de matériaux.

Annexe A (normative)

Symboles et abréviations utilisés dans l'ISO 5725

a	Ordonnée à l'origine dans la relation $s = a + bm$	$F_p(v_1, v_2)$	Fractile d'ordre p de la loi F avec v_1 et v_2 degrés de liberté
A	Facteur utilisé pour calculer l'incertitude d'une estimation	G	Statistique de test de Grubbs
b	Pente dans la relation $s = a + bm$	h	Statistique de test de Mandel de cohérence interlaboratoires
B	Composante dans un résultat d'essai représentant l'écart d'un laboratoire par rapport à la moyenne générale (composante laboratoire du biais)	k	Statistique de test de Mandel de cohérence intralaboratoire
B_0	Composante de B représentant tous les facteurs qui ne changent pas dans des conditions intermédiaires de fidélité	LCL	Limite de contrôle inférieure (limite d'action ou limite de surveillance)
$B_{(1)}, B_{(2)}, \text{ etc.}$	Composantes de B représentant les facteurs qui varient dans des conditions intermédiaires de fidélité	LCS	Limite de contrôle supérieure (limite d'action ou limite de surveillance)
c	Ordonnée à l'origine dans la relation $\lg s = c + d \lg m$	m	Moyenne générale de la propriété de l'essai; niveau
C, C', C''	Statistiques de tests	M	Nombre de facteurs étudiés dans des conditions intermédiaires de fidélité
$C_{\text{crit}}, C'_{\text{crit}}, C''_{\text{crit}}$	Valeurs critiques pour les tests statistiques	MR	Matériau de référence
CD_P	Différence critique pour la probabilité P	n	Nombre de résultats d'essai obtenus dans un laboratoire à un niveau (c'est-à-dire par cellule)
CR_P	Étendue critique pour la probabilité P	N	Nombre d'itérations
d	Pente dans la relation $\lg s = c + d \lg m$	p	Nombre de laboratoires participant à l'expérience interlaboratoires
e	Composante dans un résultat d'essai représentant l'erreur aléatoire dans chaque résultat d'essai	P	Probabilité
f	Facteur d'étendue critique	q	Nombre de niveaux de la propriété de l'essai dans l'expérience interlaboratoires
		r	Limite de répétabilité
		R	Limite de reproductibilité
		s	Estimation d'un écart-type
		\hat{s}	Écart-type prédit
		t	Nombre d'objets ou de groupes d'essai
		T	Total ou somme d'une expression
		w	Étendue d'un ensemble de résultats d'essai

W	Facteur de pondération utilisé pour le calcul d'une régression pondérée	Symboles utilisés en indice	
x	Donnée utilisée pour le test de Grubbs	C	Étalonnage-différent
y	Résultat d'essai	E	Équipement-différent
\bar{y}	Moyenne arithmétique des résultats d'essai	i	Identificateur pour un laboratoire particulier
$\bar{\bar{y}}$	Moyenne générale des résultats d'essai	$I()$	Identificateur pour des mesures intermédiaires de fidélité; entre parenthèses identification du type de la situation intermédiaire
α	Niveau de signification	j	Identificateur pour un niveau particulier (ISO 5725-2). Identificateur pour un groupe d'essais ou pour un facteur (ISO 5725-3)
β	Probabilité d'erreur de type II	k	Identificateur pour un résultat d'essai particulier dans un laboratoire i au niveau j
γ	Rapport de l'écart-type de reproductibilité à l'écart-type de répétabilité (σ_R/σ_r)	L	Interlaboratoires
Δ	Biais de laboratoire	m	Identificateur pour un biais décelable
$\hat{\Delta}$	Estimation de Δ	M	Échantillon entre essais
δ	Biais de la méthode de mesure	O	Opérateur-différent
$\hat{\delta}$	Estimation de δ	P	Probabilité
λ	Différence décelable entre les biais de deux laboratoires ou entre les biais de deux méthodes de mesure	r	Répétabilité
μ	Valeur vraie ou valeur de référence acceptée d'une propriété d'essai	R	Reproductibilité
ν	Nombre de degrés de liberté	T	Temps-différent
ρ	Rapport décelable entre les écarts-types de répétabilité de la méthode B et de la méthode A	W	Intralaboratoire
σ	Valeur vraie d'un écart-type	1, 2, 3...	Pour les résultats d'essai: numérotation dans l'ordre de leur obtention
τ	Composante dans un résultat d'essai représentant la variation due au temps écoulé depuis le dernier étalonnage	(1), (2), (3)...	Pour les résultats d'essai: numérotation dans l'ordre d'amplitude croissante
ϕ	Rapport décelable entre les racines carrées des moyennes quadratiques interlaboratoires de la méthode B et la méthode A		
$\chi_p^2(\nu)$	Fractile d'ordre p de la loi χ^2 avec ν degrés de liberté		

Annexe B

(normative)

Graphiques pour les incertitudes dans les mesures de fidélité

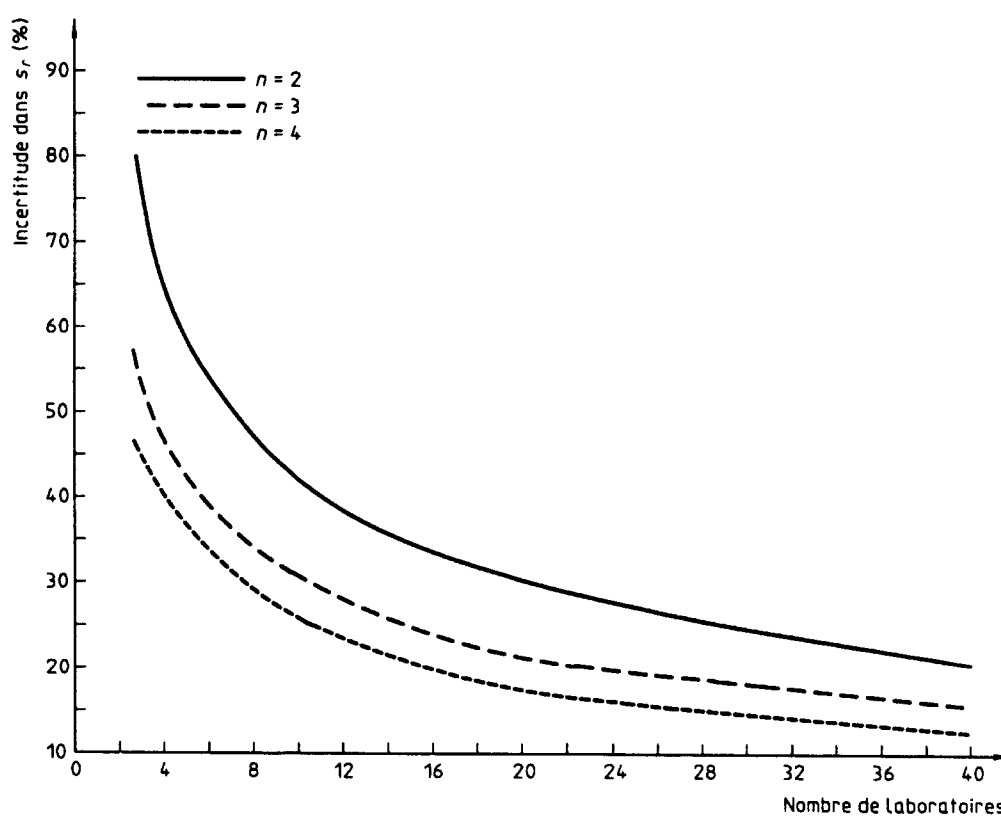


Figure B.1 — Quantité dont s_r peut différer de la valeur vraie pour un niveau de probabilité de 95 %

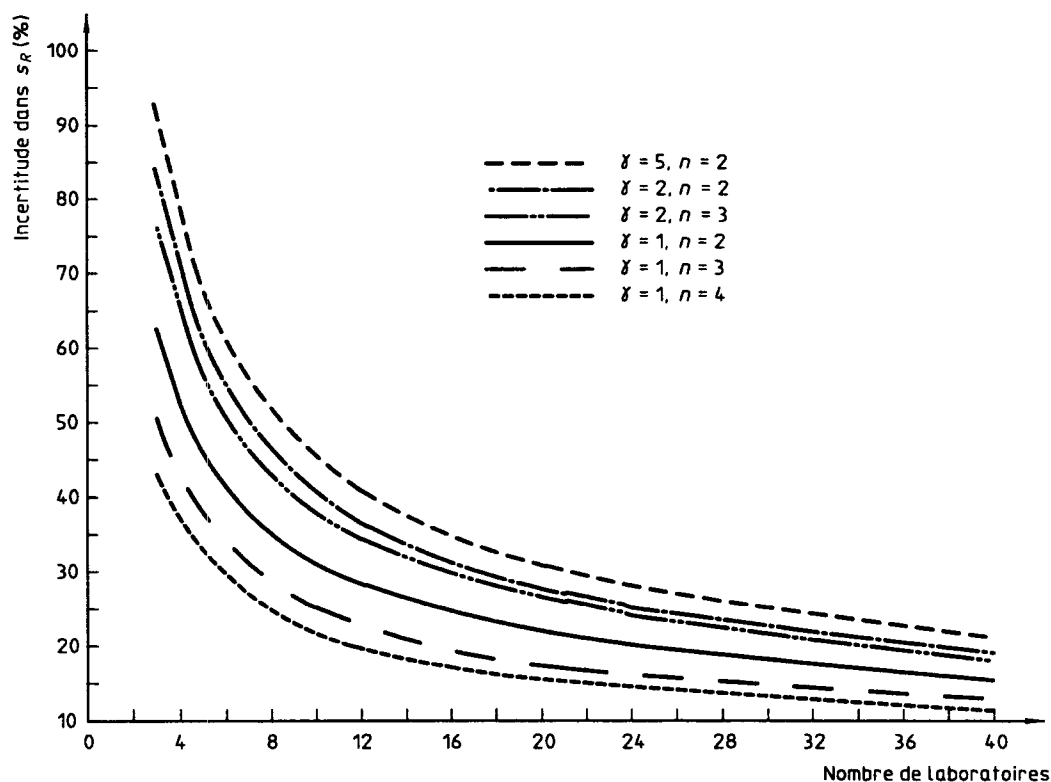


Figure B.2 — Quantité dont s_R peut différer de la valeur vraie pour un niveau de probabilité de 95 %

Annexe C (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 3534-2:1993, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 2: Maîtrise statistique de la qualité.*
- [2] ISO 3534-3:1985, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 3: Plans d'expérience.*
- [3] ISO 5725-5:—¹⁾ *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*
- [4] ISO 5725-6:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude.*
- [5] ISO GUIDE 33:1989, *Utilisation des matériaux de référence certifiés.*
- [6] ISO GUIDE 35:1989, *Certification des matériaux de référence — Principes généraux et statistiques.*

1) À publier.



NORME INTERNATIONALE ISO 5725-1:1994
RECTIFICATIF TECHNIQUE 1

Publié 1998-02-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure —

Partie 1: Principes généraux et définitions

RECTIFICATIF TECHNIQUE 1

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results —

Part 1: General principles and definitions

TECHNICAL CORRIGENDUM 1

Le Rectificatif technique 1 à la Norme internationale ISO 5725-1:1994 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Page 10, tableau 2

Remplacer le tableau 2 par le tableau suivant (provenant de l'ISO 5725-4:1994, tableau 1):

Tableau 2 — Valeurs de A , l'incertitude dans une estimation du biais de la méthode de mesure

Nombre de labora- toires p	Valeur de A								
	$\gamma = 1$			$\gamma = 2$			$\gamma = 5$		
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,51	0,44	0,82	0,80	0,79	0,87	0,86	0,86
10	0,44	0,36	0,31	0,58	0,57	0,56	0,61	0,61	0,61
15	0,36	0,29	0,25	0,47	0,46	0,46	0,50	0,50	0,50
20	0,31	0,25	0,22	0,41	0,40	0,40	0,43	0,43	0,43
25	0,28	0,23	0,20	0,37	0,36	0,35	0,39	0,39	0,39
30	0,25	0,21	0,18	0,33	0,33	0,32	0,35	0,35	0,35
35	0,23	0,19	0,17	0,31	0,30	0,30	0,33	0,33	0,33
40	0,22	0,18	0,15	0,29	0,28	0,28	0,31	0,31	0,31

